



## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **63132864 A**(43) Date of publication of application: **04.06.88**

(51) Int. Cl.

**C07C 87/50**  
**C07C 93/14**  
**C07D295/08**

(21) Application number: **61280447**(22) Date of filing: **25.11.88**(71) Applicant: **KANZAKI PAPER MFG CO LTD**

(72) Inventor:  
**OMATSU MASAMOTO**  
**KANDA NOBUO**  
**KONDO MITSURU**

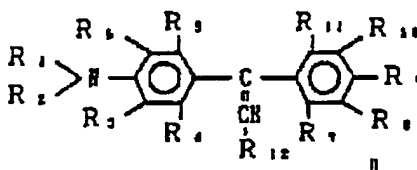
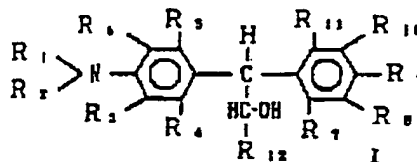
(54) **PRODUCTION OF DIPHENYLALKENE  
 DERIVATIVE**

COPYRIGHT: (C)1988,JPO&amp;Japio

## (57) Abstract:

**PURPOSE:** To obtain a compound useful as an intermediate for synthesizing a dyestuff for pressure-sensitive recording paper or heat-sensitive recording paper in a short time without requiring a specific operation, by dehydrating a diphenylalkane alcohol derivative in the presence of an alkali under heating.

**CONSTITUTION:** A diphenylalkane alcohol derivative shown by formula I ( $R_1$  and  $R_2$  are alkyl, cycloalkyl, aryl, etc., or may form hetero ring;  $R_3WR_{11}$  are H, halogen, nitro, alkyl, alkoxy or amino;  $R_{12}$  is H or alkyl) is reacted in the presence of an alkali (e.g. NaOH) at  $100W300^\circ C$ , preferably  $150W250^\circ C$  for 5minW2hr to give the aimed substance shown by the formula II. The amount of the alkali used is 0.1W10 times as much as that of the compound shown by formula I by weight and optionally the reaction is carried out by using a solvent (e.g. ethanol) and an inert gas (e.g. nitrogen).



⑤ Int. Cl. 4

C 07 C 87/50

93/14

C 07 D 295/08

識別記号

庁内整理番号

6785-4H

7162-4H

④ 公開 昭和63年(1988)6月4日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全10頁)

⑬ 発明の名称 ジフェニルアルケン誘導体の製造法

⑭ 特 願 昭61-280447

⑮ 出 願 昭61(1986)11月25日

⑯ 発 明 者 尾 松 正 元 兵庫県尼崎市常光寺4丁目3番1号 神崎製紙株式会社神崎工場内

⑰ 発 明 者 神 田 伸 夫 兵庫県尼崎市常光寺4丁目3番1号 神崎製紙株式会社神崎工場内

⑱ 発 明 者 近 藤 充 兵庫県尼崎市常光寺4丁目3番1号 神崎製紙株式会社神崎工場内

⑲ 出 願 人 神崎製紙株式会社 東京都千代田区神田小川町3丁目7番地

⑳ 代 理 人 弁理士 蓮見 勝

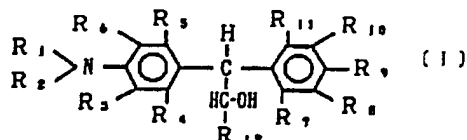
明 細 書

1. 発明の名称

ジフェニルアルケン誘導体の製造法

2. 特許請求の範囲

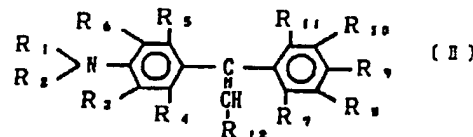
(I) 一般式 (I) で表されるジフェニルアルケンアルコール誘導体を



(式中 R<sub>1</sub>、R<sub>2</sub> はそれぞれ置換又は未置換の飽和アルキル基、置換又は未置換の不飽和アルキル基、置換又は未置換のシクロアルキル基、置換又は未置換のアリアル基を示すが、R<sub>1</sub>とR<sub>2</sub>は互いにまたは隣接するベンゼン環とともにヘテロ環を形成してもよい。また R<sub>3</sub>、R<sub>4</sub>、R<sub>5</sub>、R<sub>6</sub>、R<sub>7</sub>、R<sub>8</sub>、R<sub>9</sub>、R<sub>10</sub>、R<sub>11</sub> はそれぞれ水素原子、ハロゲン原子、ニトロ基、置換又は未置換のアルキル基、置換又は

未置換のアルコキシ基、置換又は未置換のアミノ基を示し、R<sub>12</sub>は水素原子、置換又は未置換のアルキル基を示す。)

アルカリ存在下で加熱脱水せしめることを特徴とする一般式 (II) で表されるジフェニルアルケン誘導体の製造法。



(式中 R<sub>1</sub>、R<sub>2</sub>、R<sub>3</sub>、R<sub>4</sub>、R<sub>5</sub>、R<sub>6</sub>、R<sub>7</sub>、R<sub>8</sub>、R<sub>9</sub>、R<sub>10</sub>、R<sub>11</sub>、R<sub>12</sub> はそれぞれ前述の意味を示す。)

3. 発明の詳細な説明

「産業上の利用分野」

本発明は、感圧記録紙や感熱記録紙用色素の中間体として有用なジフェニルアルケン誘導体の新規な製造法に関するものである。

「従来の技術」

従来、p、p'-ビス置換アミノ-1,1-

ジフェニルアルケン誘導体の製造法としては、ベンゾフェノン誘導体とグリニャール試薬との反応による1,1-ジフェニルエタノール誘導体を経由した方法と、アニリン誘導体とアセトアルデヒドとの酸触媒を用いた反応から生じる1,1-ジフェニルエタン誘導体を過酸化鉛で酸化する方法とが知られている。

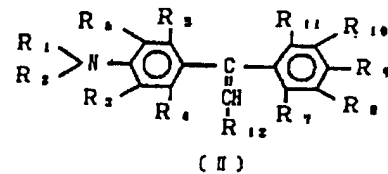
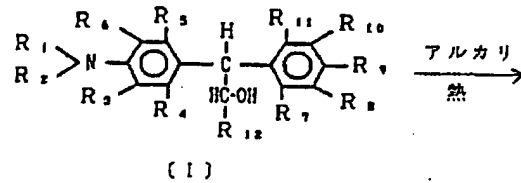
しかし、これらの方法では、前者はグリニャール試薬で合成するために溶媒として引火性の強い低沸点のエーテルと完璧なまでの脱水条件を必要とするため工業的方法でなく、後者は稀薄な条件で酸化するため不経済であり、また反応率が低く、原料と生成物の分離が困難であり、さらに低沸点で有害なアセトアルデヒドと使用後の処分が困難な過酸化鉛を使用しており、工業的に必ずしも有利な製造法とは言い難い。また、比較的工業的な製造法と考えられる後者にあつては、非対称の1,1-ジフェニルエチレン誘導体を合成できないという制限も付け加えられる。

「発明が解決しようとする問題点」

本発明は上記の如き難点を伴うことなく、効率よくジフェニルアルケン誘導体が得られ、しかも精製分離操作が極めて簡単な製造方法を提供するものである。

「問題を解決するための手段」

本発明は、一般式〔I〕で表されるジフェニルアルカンアルコール誘導体をアルカリ存在下で加熱脱水せしめることを特徴とする一般式〔II〕で表されるジフェニルアルケン誘導体の製造法である。



(式中R<sub>1</sub>、R<sub>2</sub>はそれぞれ置換又は未置換の飽和アルキル基、置換又は未置換の不飽和アルキル基、置換又は未置換のシクロアルキル基、置換又は未置換のアルアルキル基、置換又は未置換のアリール基を示すが、R<sub>1</sub>とR<sub>2</sub>は互にまたは隣接するベンゼン環とともにヘテロ環を形成してもよい。またR<sub>3</sub>、R<sub>4</sub>、R<sub>5</sub>、R<sub>6</sub>、R<sub>7</sub>、R<sub>8</sub>、R<sub>9</sub>、R<sub>10</sub>、R<sub>11</sub>はそれぞれ水素原子、ハロゲン原子、ニトロ基、置換又は未置換のアルキル基、置換又は未置換のアルコキシル基、置換又は未置換のアミノ基を示し、R<sub>12</sub>は水素原子、置換又は未置換のアルキル基を示す。)

「作用」

本発明の方法における反応は、無溶媒ないしは反応初期にジフェニルアルカンアルコール誘導体とアルカリとを効率よく接触させるための溶媒存在下で実施される。

溶媒としては水、反応に不活性な有機溶媒またはこれらの混合溶媒が使用される。反応に不活性な有機溶媒としてはメタノール、エタノール、ア

セトン、クロロホルム、THF、トルエン等が挙げられるが、反応に不活性であれば特にこれらに限定されるものではない。

一般式〔I〕で表される化合物としては、例えば下記が例示される。

2,2-ビス(p-N,N-ジメチルアミノフェニル)エタノール、2,2-ビス(p-N,N-ジエチルアミノフェニル)エタノール、2,2-ビス(p-N,N-ジブチルアミノフェニル)エタノール、2,2-ビス(p-ピロリジノフェニル)エタノール、2,2-ビス(p-モルホリノフェニル)エタノール、2,2-ビス(p-N-エチル-N-n-ブチルアミノフェニル)エタノール、2,2-ビス(p-N-メチル-N-フェニルアミノフェニル)エタノール、2,2-ビス(p-N-エチル-N-p'-トリルアミノフェニル)エタノール、2,2-ビス(p-N-メチル-N-ベンジルアミノフェニル)エタノール、2,2-ビス(p-N-メチル-N-エトキシエチルアミノフェニル)エタノール、2,2-ビス

(p-N-メチル-N-シクロヘキシルアミノフェニル)エタノール、2, 2-ビス(p-N-エチル-N-シクロドデシルアミノフェニル)エタノール、2, 2-ビス(p-N-メチル-N-テトラヒドロフルフリルアミノフェニル)エタノール、2, 2-ビス(p-N-エチル-N-アリルアミノフェニル)エタノール、2, 2-ビス(p-N-イソプロピル-N-プロパギルアミノフェニル)エタノール、2, 2-ビス(1-メチル-1, 2, 3, 4-テトラヒドロキノリン-6-イル)エタノール、2, 2-ビス(ジュロリジン-9-イル)エタノール、2, 2-ビス(p-N, N-ジエチルアミノ-o-メチルフェニル)エタノール、2, 2-ビス(p-ピロリジノ-o-メチルフェニル)エタノール、2, 2-ビス(p-ピロリジノ-o-メトキシフェニル)エタノール、2, 2-ビス(p-ピロリジノ-o-クロロフェニル)エタノール、2-(p-N, N-ジメチルアミノフェニル)-2-フェニルエタノール、2-(p-N, N-ジエチルアミノフェニル)-2

-フェニルエタノール、2-(p-N, N-ジブチルアミノフェニル)-2-フェニルエタノール、2-(p-N-エチル-N-n-ブチルアミノフェニル)-2-フェニルエタノール、2-(p-N-エチル-N-ベンジルアミノフェニル)-2-フェニルエタノール、2-(p-(N-エチル-N-p-メチルベンジル)アミノフェニル)-2-フェニルエタノール、2-(p-(N-エチル-N-p-メトキシベンジル)アミノフェニル)-2-フェニルエタノール、2-(p-(N-エチル-N-p-クロロベンジル)アミノフェニル)-2-フェニルエタノール、2-(p-N, N-ジベンジルアミノフェニル)-2-フェニルエタノール、2-(p-(N-メチル-N-フェニル)アミノフェニル)-2-フェニルエタノール、2-(p-(N-メチル-N-p-トリル)アミノフェニル)-2-フェニルエタノール、2-(p-(N-メチル-N-シクロペンチル)アミノフェニル)-2-フェニルエタノール、2-(p-(N-エチル-N-シクロペンチル)アミノフェ

ニル)-2-フェニルエタノール、2-(p-(N-メチル-N-シクロヘキシル)アミノフェニル)-2-フェニルエタノール、2-(p-(N-エチル-N-シクロヘキシル)アミノフェニル)-2-フェニルエタノール、2-(p-(N-メチル-N-シクロドデシル)アミノフェニル)-2-フェニルエタノール、2-(p-(N-エチル-N-シクロドデシル)アミノフェニル)-2-フェニルエタノール、2-(p-(N-n-プロピル-N-シクロドデシル)アミノフェニル)-2-フェニルエタノール、2-(p-(N-エチル-N-メトキシエチル)アミノフェニル)-2-フェニルエタノール、2-(p-(N-エチル-N-エトキシエチル)アミノフェニル)-2-フェニルエタノール、2-(p-(N-エチル-N-フェノキシエチル)アミノフェニル)-2-フェニルエタノール、2-(p-(N-エチル-N-テトラヒドロフルフリル)アミノフェニル)-2-フェニルエタノール、2-(p-(N-メチル-N-アリル)アミノフェニル)-2-フェ

ニルエタノール、2-(p-(N-メチル-N-プロパギル)アミノフェニル)-2-フェニルエタノール、2-(p-(N-イソブチル-N-プロパギル)アミノフェニル)-2-フェニルエタノール、2-(p-N, N-ジイソプロピルアミノフェニル)-2-フェニルエタノール、2-(p-(N-エチル-N-sec-ブチル)アミノフェニル)-2-フェニルエタノール、2-(p-(N-エチル-N-n-オクチル)アミノフェニル)-2-フェニルエタノール、2-(p-N, N-ジメチルアミノ-m-メチルフェニル)-2-フェニルエタノール、2-(p-N, N-ジエチルアミノ-o-メチルフェニル)-2-フェニルエタノール、2-(p-N, N-ジブチルアミノ-m-メトキシフェニル)-2-フェニルエタノール、2-(p-(N-エチル-N-n-ブチル)アミノ-m-ヒドロキシフェニル)-2-フェニルエタノール、2-(p-(N-メチル-N-イソブチル)アミノ-o-ヒドロキシフェニル)-2-フェニルエタノール、2-(p-(N-エ

チル-N-n-オクチル) アミノ-m-クロロフェニル) - 2-フェニルエタノール、2-(p-ピロリジノフェニル) - 2-フェニルエタノール、2-(p-モルホリノフェニル) - 2-フェニルエタノール、2-(p-ヘキサメチレンイミノフェニル) - 2-フェニルエタノール、2-(1-メチル-1, 2, 3, 4-テトラヒドロキノリン-6-イル) - 2-フェニルエタノール、2-(1-n-プロピル-1, 2, 3, 4-テトラヒドロキノリン-6-イル) - 2-フェニルエタノール、2-(ジェロリジソ-9-イル) - 2-フェニルエタノール、2-(p-N, N-ジエチルアミノフェニル) - 2-(o-メチルフェニル) エタノール、2-(p-N, N-ジエチルアミノフェニル) - 2-(m-メチルフェニル) エタノール、2-(p-N, N-ジエチルアミノフェニル) - 2-(p-メチルフェニル) エタノール、2-(p-N, N-ジエチルアミノフェニル) - 2-(m-メトキシフェニル) エタノール、2-(p-N, N-ジエチルアミノフェニル) - 2-(p

-メトキシフェニル) エタノール、2-(p-N-エチル-N-ブチルアミノフェニル) - 2-(p-メトキシフェニル) エタノール、2-(p-ピロリジノフェニル) - 2-(p-メトキシフェニル) エタノール、2-(p-モルホリノフェニル) - 2-(p-メトキシフェニル) エタノール、2-(p-ピロリジノフェニル) - 2-(p-クロロフェニル) エタノール、2-(p-ピロリジノフェニル) - 2-(p-ブロモフェニル) エタノール、2-(p-ピロリジノフェニル) - 2-(p-ニトロフェニル) エタノール、2-(p-N, N-ジメチルアミノフェニル) - 2-(o-メチル-p-メトキシフェニル) エタノール、2-(p-N, N-ジメチルアミノフェニル) - 2-(o, p-ジメチルフェニル) エタノール、2-(p-N, N-ジメチルアミノフェニル) - 2-(o, p-ジメトキシフェニル) エタノール、2-(p-N, N-ジメチルアミノフェニル) - 2-(p-N, N-ジエトキシエチルアミノフェニル) エタノール、2-(p-N, N-ジメチル

アミノフェニル) - 2-(p-N, N-ジエトキシエチルアミノ-o-メチルフェニル) エタノール、2-(p-N, N-ジメチルアミノフェニル) - 2-(p-ピロリジノフェニル) エタノール、2-(p-ピロリジノフェニル) - 2-(p-アミノフェニル) エタノール、2-(p-ピロリジノフェニル) - 2-(p-N, N-ジメトキシエチルアミノフェニル) エタノール、2-(p-ピロリジノフェニル) - 2-(p-N-メチルアミノフェニル) エタノール、2-(p-ピロリジノフェニル) - 2-(p-N-エトキシエチルアミノフェニル) エタノール、2-(p-ピロリジノフェニル) - 2-(p-N-フェニルアミノフェニル) エタノール、2-(p-N, N-ジエチルアミノフェニル) - 2-フェニル-1-プロパノール、2-(p-ピロリジノフェニル) - 2-フェニル-1-ブタノール等。

アルカリとしては例えば、水酸化リチウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化カルシウム、水酸化バリウム等の水酸化物；炭酸ナトリ

ウム、炭酸カリウム等の炭酸塩；リン酸ナトリウム、リン酸カリウム等のリン酸塩；酢酸ナトリウム、酢酸カリウム等の酢酸塩などが挙げられ、なかでも水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等の水酸化物が好ましい。

これらのアルカリの使用量は、溶媒の有無、溶媒の種類、あるいは溶媒の量等によって適宜調節されるが、一般にはジフェニルアルカンアルコール誘導体に対し0.1倍量～10倍量、好ましくは0.5～3倍量の範囲で使用される。

反応は100～300℃程度、好ましくは150～250℃の温度で、数分から数十時間程度、好ましくは5分～2時間の反応時間で行われる。またこのとき反応系中に生成物の酸化を抑制する目的で窒素、ヘリウム、アルゴン、二酸化炭素などの不活性ガスを満たして反応を行ってもよい。

なお、反応終了後のジフェニルアルケン誘導体の単離は、常法に従って蒸留、晶析、抽出処理などによって実施される。

上記の反応により得られる一般式(II)で表さ

れるジフェニルアルケン誘導体としては、例えば下記が例示される。

1, 1-ビス(p-N, N-ジメチルアミノフェニル)エチレン、1, 1-ビス(p-N, N-ジエチルアミノフェニル)エチレン、1, 1-ビス(p-N, N-ジブチルアミノフェニル)エチレン、1, 1-ビス(p-ピロリジノフェニル)エチレン、1, 1-ビス(p-モルホリノフェニル)エチレン、1, 1-ビス(p-N-エチル-N-n-ブチルアミノフェニル)エチレン、1, 1-ビス(p-N-メチル-N-フェニルアミノフェニル)エチレン、1, 1-ビス(p-N-エチル-N-p'-トリルアミノフェニル)エチレン、1, 1-ビス(p-N-メチル-N-ベンジルアミノフェニル)エチレン、1, 1-ビス(p-N-メチル-N-エトキシエチルアミノフェニル)エチレン、1, 1-ビス(p-N-メチル-N-シクロヘキシルアミノフェニル)エチレン、1, 1-ビス(p-N-エチル-N-シクロドデシルアミノフェニル)エチレン、1, 1-ビス(p-

-N-ベンジルアミノフェニル)-1-フェニルエチレン、1-(p-(N-エチル-N-p-メチルベンジル)アミノフェニル)-1-フェニルエチレン、1-(p-(N-エチル-N-p-メトキシベンジル)アミノフェニル)-1-フェニルエチレン、1-(p-(N-エチル-N-p-クロロベンジル)アミノフェニル)-1-フェニルエチレン、1-(p-N, N-ジベンジルアミノフェニル)-1-フェニルエチレン、1-(p-(N-メチル-N-フェニル)アミノフェニル)-1-フェニルエチレン、1-(p-(N-メチル-N-p-トリル)アミノフェニル)-1-フェニルエチレン、1-(p-(N-メチル-N-シクロペンチル)アミノフェニル)-1-フェニルエチレン、1-(p-(N-エチル-N-シクロペンチル)アミノフェニル)-1-フェニルエチレン、1-(p-(N-メチル-N-シクロヘキシル)アミノフェニル)-1-フェニルエチレン、1-(p-(N-エチル-N-シクロヘキシル)アミノフェニル)-1-フェニルエチレン、

N-メチル-N-テトラヒドロフルフリルアミノフェニル)エチレン、1, 1-ビス(p-N-エチル-N-アリルアミノフェニル)エチレン、1, 1-ビス(p-N-イソプロピル-N-プロパギルアミノフェニル)エチレン、1, 1-ビス(1-メチル-1, 2, 3, 4-テトラヒドロキノリン-6-イル)エチレン、1, 1-ビス(ジュロリジン-9-イル)エチレン、1, 1-ビス(p-N, N-ジエチルアミノ-o-メチルフェニル)エチレン、1, 1-ビス(p-ピロリジノ-o-メチルフェニル)エチレン、1, 1-ビス(p-ピロリジノ-o-メトキシフェニル)エチレン、1, 1-ビス(p-ピロリジノ-o-クロロフェニル)エチレン、1-(p-N, N-ジメチルアミノフェニル)-1-フェニルエチレン、1-(p-N, N-ジエチルアミノフェニル)-1-フェニルエチレン、1-(p-N, N-ジブチルアミノフェニル)-1-フェニルエチレン、1-(p-N-エチル-N-n-ブチルアミノフェニル)-1-フェニルエチレン、1-(p-N-エチル

1-(p-(N-メチル-N-シクロドデシル)アミノフェニル)-1-フェニルエチレン、1-(p-(N-エチル-N-シクロドデシル)アミノフェニル)-1-フェニルエチレン、1-(p-(N-n-プロピル-N-シクロドデシル)アミノフェニル)-1-フェニルエチレン、1-(p-(N-エチル-N-メトキシエチル)アミノフェニル)-1-フェニルエチレン、1-(p-(N-エチル-N-エトキシエチル)アミノフェニル)-1-フェニルエチレン、1-(p-(N-エチル-N-フェノキシエチル)アミノフェニル)-1-フェニルエチレン、1-(p-(N-エチル-N-テトラヒドロフルフリル)アミノフェニル)-1-フェニルエチレン、1-(p-(N-メチル-N-アリル)アミノフェニル)-1-フェニルエチレン、1-(p-(N-メチル-N-プロパギル)アミノフェニル)-1-フェニルエチレン、1-(p-(N-イソブチル-N-プロパギル)アミノフェニル)-1-フェニルエチレン、1-(p-N, N-ジイソプロピルアミ

ノフェニル) - 1 - フェニルエチレン、1 - (p - (N - エチル - N - sec - ブチル) アミノフェニル) - 1 - フェニルエチレン、1 - (p - (N - エチル - N - n - オクチル) アミノフェニル) - 1 - フェニルエチレン、1 - (p - N, N - ジメチルアミノ - m - メチルフェニル) - 1 - フェニルエチレン、1 - (p - N, N - ジエチルアミノ - o - メチルフェニル) - 1 - フェニルエチレン、1 - (p - N, N - ジブチルアミノ - m - メトキシフェニル) - 1 - フェニルエチレン、1 - (p - (N - エチル - N - n - ブチル) アミノ - m - ヒドロキシフェニル) - 1 - ジフェニルエチレン、1 - (p - (N - メチル - N - イソブチル) アミノ - o - ヒドロキシフェニル) - 1 - ジフェニルエチレン、1 - (p - (N - エチル - N - n - オクチル) アミノ - m - クロロフェニル) - 1 - フェニルエチレン、1 - (p - ビロリジノフェニル) - 1 - フェニルエチレン、1 - (p - モルホリノフェニル) - 1 - フェニルエチレン、1 - (p - ヘキサメチレンイミノフェニル) - 1 - フ

ン、1 - (p - ビロリジノフェニル) - 1 - (p - クロロフェニル) エチレン、1 - (p - ビロリジノフェニル) - 1 - (p - プロモフェニル) エチレン、1 - (p - ビロリジノフェニル) - 1 - (p - ニトロフェニル) エチレン、2 - (p - N, N - ジメチルアミノフェニル) - 2 - (o - メチル - p - メトキシフェニル) エチレン、2 - (p - N, N - ジメチルアミノフェニル) - 2 - (o, p - ジメチルフェニル) エチレン、2 - (p - N, N - ジメチルアミノフェニル) - 2 - (o, p - ジメトキシフェニル) エチレン、2 - (p - N, N - ジメチルアミノフェニル) - 2 - (p - N, N - ジエトキシエチルアミノフェニル) エチレン、2 - (p - N, N - ジメチルアミノフェニル) - 2 - (p - N, N - ジエトキシエチルアミノ - o - メチルフェニル) エチレン、2 - (p - N, N - ジメチルアミノフェニル) - 2 - (p - ビロリジノフェニル) エチレン、2 - (p - ビロリジノフェニル) - 2 - (p - アミノフェニル) エチレン、2 - (p - ビロリジノフェニル) - 2 - (p

エニルエチレン、1 - (1 - メチル - 1, 2, 3, 4 - テトラヒドロキノリン - 6 - イル) - 1 - フェニルエチレン、1 - (1 - n - プロピル - 1, 2, 3, 4 - テトラヒドロキノリン - 6 - イル) - 1 - フェニルエチレン、1 - (ジュロリジン - 9 - イル) - 1 - フェニルエチレン、1 - (p - N, N - ジエチルアミノフェニル) - 1 - (o - メチルフェニル) エチレン、1 - (p - N, N - ジエチルアミノフェニル) - 1 - (m - メチルフェニル) エチレン、1 - (p - N, N - ジエチルアミノフェニル) - 1 - (p - メチルフェニル) エチレン、1 - (p - N, N - ジエチルアミノフェニル) - 1 - (m - メトキシフェニル) エチレン、1 - (p - N, N - ジエチルアミノフェニル) - 1 - (p - メトキシフェニル) エチレン、1 - (p - N, N - ジエチルアミノフェニル) - 1 - (p - N - エチル - N - ブチルアミノフェニル) - 1 - (p - メトキシフェニル) エチレン、1 - (p - ビロリジノフェニル) - 1 - (p - メトキシフェニル) エチレン、1 - (p - モルホリノフェニル) - 1 - (p - メトキシフェニル) エチレ

- N, N - ジメトキシエチルアミノフェニル) エチレン、2 - (p - ビロリジノフェニル) - 2 - (p - N - メチルアミノフェニル) エチレン、2 - (p - ビロリジノフェニル) - 2 - (p - N - エトキシエチルアミノフェニル) エチレン、2 - (p - ビロリジノフェニル) - 2 - (p - N - フェニルアミノフェニル) エチレン、1 - (p - N, N - ジエチルアミノフェニル) - 1 - フェニル - 1 - プロペン、1 - (p - ビロリジノフェニル) - 1 - フェニル - 1 - ブテン等。

なお、上述の一般式〔I〕で表されるジフェニルアルカンアルコール誘導体は、アニリン誘導体とオキシラン誘導体とのフリーデルクラフツ型求核付加反応により、或いはアニリン誘導体とグリオキシル酸とを塩酸、硫酸、硝酸、酢酸、p - トルエンスルホン酸などの酸触媒を用い縮合させて得られる $\alpha$ ,  $\alpha$ -ジアリール酢酸を塩化アルミニウムと水素化ホウ素ナトリウムなどの還元剤でアルコールに還元することにより合成される。

〔実施例〕

以下に実施例を挙げて、本発明をより具体的に説明するが、勿論これらに限定されるものではない。

#### 実施例 1

2, 2-ビス(p-N, N-ジメチルアミノフェニル)エタノール0.50gと水酸化カリウム0.50gの混合物を220℃で10分間加熱攪拌した。反応終了後トルエンで抽出し溶媒を留去後、メタノールで再結晶を行いm.p. 122~124℃の1, 1-ビス(p-N, N-ジメチルアミノフェニル)エチレンを0.38g得た。収率は82%であった。

#### 実施例 2

2, 2-ビス(p-モルホリノフェニル)エタノール0.50gと水酸化カリウム0.50gの混合物を減圧下(1mmHg)220℃で加熱した。留出物をエタノールで再結晶し、m.p. 203~205℃の1, 1-ビス(p-モルホリノフェニル)エチレン0.36gを得た。収率は76%であった。

#### 実施例 3

間反応させた。反応終了後トルエンで抽出し、溶媒を留去した後、イソプロパノールで再結晶を行いm.p. 90~91℃の1-(p-(N-メチル-N-シクロドデシル)アミノフェニル)-1-フェニルエチレンを0.72g得た。収率は82%であった。

#### 実施例 6

2-(1-n-プロピル-1, 2, 3, 4-テトラヒドロキノリン-6-イル)-2-フェニルエタノール3.2gと水酸化カリウム3.2gを窒素気流中200℃で30分間反応させた。反応終了後、トルエンで抽出し、溶媒を留去して油状の1-(1-n-プロピル-1, 2, 3, 4-テトラヒドロキノリン-6-イル)-1-フェニルエチレンを2.3g得た。収率は78%であった。

#### 実施例 7

2, 2-ビス(p-ピロリジノフェニル)エタノール5.0g、水酸化ナトリウム3.0g、メタノール3の混合物を180℃で20分間反応させた。反応終了後トルエンで抽出を行い、溶媒を留

2, 2-ビス(p-ピロリジノ-0-メチルフェニル)エタノール0.50gと水酸化カリウム0.50gを用いた以外は実施例2と同様に反応を行い、m.p. 112~116℃(エタノール再結)の1, 1-ビス(p-ピロリジノ-0-メチルフェニル)エチレン0.40gを得た。収率は85%であった。

#### 実施例 4

2-(p-N, N-ジメチルアミノフェニル)-2-フェニルエタノール10.6gと水酸化カリウム10.6gの混合物を減圧下(13mmHg)210℃で加熱、反応させた。留出物を減圧蒸溜し、b.p. 190~195℃/7mmHgの留分をエタノールで再結晶してm.p. 51~52℃の1-(p-N, N-ジメチルアミノフェニル)-1-フェニルエチレン8.2gを得た。収率は84%であった。

#### 実施例 5

2-(p-(N-メチル-N-シクロドデシル)アミノフェニル)-2-フェニルエタノール0.91gと水酸化カリウム0.9gを220℃で10分

去した後、エタノールで再結晶を行い、m.p. 220~223℃の1, 1-ビス(p-ピロリジノフェニル)エチレン3.4gを得た。収率は73%であった。

#### 実施例 8

2-(p-ピロリジノフェニル)-2-(p-メトキシフェニル)エタノール5.0gと水酸化カリウム4.0gの混合物を200℃で10分間反応させた。反応終了後トルエンで抽出を行い、溶媒を留去後、エタノールで再結晶してm.p. 159~162℃の1-(p-ピロリジノフェニル)-1-(p-メトキシフェニル)エチレンを4.0g得た。収率は86%であった。

#### 実施例 9

2-(p-N, N-ジメチルアミノフェニル)-2-(p-メトキシフェニル)エタノール5.0gと水酸化カリウム5.0gの混合物を200℃で10分間反応させた。反応終了後トルエンで抽出を行い、溶媒を留去した後、エタノールで再結晶を行い、m.p. 123~125℃の1-(p-N,



N-ジメチルアミノフェニル)-1-(p-メトキシフェニル)エチレンを3.9g得た。収率は83%であった。

#### 実施例10

2-(p-ピロリジノフェニル)-2-フェニルエタノール0.5gと水酸化カリウム5.0gの混合物を200℃で10分間反応させた。反応終了後トルエンで抽出を行い、溶媒を留去後、メタノールで再結晶を行い、m.p. 82~83℃の1-(p-ピロリジノフェニル)-1-フェニルエチレン3.8gを得た。収率は81%であった。

#### 実施例11

2-(p-ピロリジノフェニル)-2-(p-メチルフェニル)エタノール5.0gと水酸化カリウム5.0gの混合物を200℃で10分間反応させた。反応終了後トルエンで抽出を行い、溶媒を留去した後、エタノールで再結晶してm.p. 152~154℃の1-(p-ピロリジノフェニル)-1-(p-メチルフェニル)エチレンを4.0g得た。収率は86%であった。

#### 実施例14~23

2, 2-ビス(p-N, N-ジメチルアミノフェニル)エタノールと水酸化カリウムの代わりに第1表に記載した一般式(1)で表されるジフェニルアルカンアルコール誘導体とアルカリを用いた以外は実施例1に準じて反応を行い、それぞれに対応したジフェニルアルケン誘導体を合成した。なお表中R<sub>1,2</sub>で記述がないものは全て水素原子を示す。

#### 「効果」

各実験例から明らかな如く、本発明の方法によれば特別な装置を必要とすることなく、短時間でジフェニルアルケン誘導体を製造することができ、しかも非対称のジフェニルアルケン誘導体をも容易に得られるのである。

#### 実施例12

1, 1-ビス(p-N, N-ジメチルアミノフェニル)-2-プロパノール5.0gと水酸化カリウム5.0gの混合物を200℃で10分間反応させた。反応終了後トルエンで抽出を行い、溶媒を留去後、エタノールで再結晶を行い、m.p. 99~101℃の1, 1-ビス(p-N, N-ジメチルアミノフェニル)-1-プロペンを3.7g得た。収率は78%であった。

#### 実施例13

2-(p-N, N-ジメチルアミノ-ortho-メチルフェニル)-2-(p-N, N-ジメチルアミノフェニル)エタノール5.0gと水酸化カリウム5.0gの混合物を200℃で10分間反応させた。反応終了後トルエンで抽出を行い、溶媒を留去した後、エタノールで再結晶してm.p. 90~91℃の1-(p-N, N-ジメチルアミノ-ortho-メチルフェニル)-1-(p-N, N-ジメチルアミノフェニル)エチレン3.8gを得た。収率は81%であった。

第1表

	ジフェニルアルキルアルコール誘導体					アルカリ	収率(%)
	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	R <sub>4</sub>	R <sub>12</sub>		
実施例14	メチル	シクロヘキシル	水素	N-メチル-N-シクロヘキシルアミノ	水素	NaOH	83
" 15	エチル	p-トリル	水素	N-エチル-N-p-トリルアミノ	水素	NaOH	75
" 16	エチル	アリル	水素	N-エチル-N-アリルアミノ	水素	NaOH	73
" 17	メチル	プロパギル	水素	N-メチル-N-プロパギルアミノ	水素	KOH	78
" 18	エチル	メトキシエチル	水素	N-エチル-N-メトキシエチルアミノ	水素	KOH	72
" 19	エチル	テトラヒドロフルフリル	水素	N-エチル-N-テトラヒドロフルフリルアミノ	水素	KOH	71
" 20	エチル	エチル	水素	N, N-ジエチルアミノ	メチル	KOH	76
" 21	n-ブチル	n-ブチル	水素	ピロリジノ	エチル	KOH	78
" 22	メチル	メチル	水素	クロル	水素	KOH	86
" 23	n-ブチル	n-ブチル	メチル	水素	水素	KOH	84

手続補正書

昭和62年1月6日

特許庁長官 殿

1. 事件の表示

昭和61年特許願第280447号

2. 発明の名称

ジフェニルアルケン誘導体の製造法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住所 東京都中央区銀座4丁目9番8号

名称 神崎製紙株式会社

代表者 河村 俊彦

4. 代理人

居所 (〒660) 尼崎市常光寺4丁目3番1号

神崎製紙株式会社内

TEL 大阪(06) 488-3211代

氏名 弁理士(7385) 蓮見 勝

5. 補正命令の日付 自発

6. 補正の対象 明細書の「発明の詳細な説明」の項

7. 補正の内容 明細 第30頁の第1表を別紙の通り補正する。



第1表

	ジフェニルアルキルアルコール誘導体					アルカリ	収率(X)
	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	R <sub>4</sub>	R <sub>1,2</sub>		
実施例14	メチル	シクロヘキシル	水素	N-メチル-N-シクロヘキシルアミノ	水素	NaOH	83
" 15	エチル	p-トリル	水素	N-エチル-N-p-トリルアミノ	水素	NaOH	75
" 16	エチル	アリル	水素	N-エチル-N-アリルアミノ	水素	NaOH	73
" 17	メチル	プロパギル	水素	N-メチル-N-プロパギルアミノ	水素	KOH	78
" 18	エチル	メトキシエチル	水素	N-エチル-N-メトキシエチルアミノ	水素	KOH	72
" 19	エチル	テトラヒドロフルフリル	水素	N-エチル-N-テトラヒドロフルフリルアミノ	水素	KOH	71
" 20	エチル	エチル	水素	N, N-ジエチルアミノ	メチル	KOH	76
" 21		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> -	水素	ピロリジノ	エチル	KOH	78
" 22	メチル	メチル	水素	クロル	水素	KOH	86
" 23		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> -	メチル	水素	水素	KOH	84